

Universidad de Carabobo
Facultad Experimental de Ciencias y Tecnología
Departamento de Química
Informe de pasantías



Desarrollo de una metodología para la obtención de sólidos rápidos para las resinas butiladas (1500) y de poliéster (4100) en la empresa Resimon.



Elaborado por:
María T. Matheus

Tutor académico:
Prof.: María Carlota Villegas

Tutor empresarial:
Lic. Yuramys Sánchez

Valencia, noviembre de 2010



Universidad de Carabobo
Facultad Experimental de Ciencias y Tecnología
Departamento de Química
Informe de pasantías



INDICE

CONTENIDO **Pág**

<u>Desarrollo de una metodología para la obtención de sólidos rápidos para las resinas butiladas (1500) y de poliéster (4100) en la empresa Resimon.</u>

Resumen

El proyecto se llevó a cabo en el Laboratorio de Control de Calidad de la empresa Resimon, filial del Grupo Corimon, cuyo objetivo principal consistió en desarrollar una metodología para la obtención de sólidos rápidos empleando una la balanza de humedad Ohaus modelo MB45 , lo cual permitiría disminuir el tiempo de ajuste. Esta metodología fue aplicada a dos tipos de resinas, las Butiladas que corresponden a la línea 1500 (producto 1550 y 1570) y las Resinas de poliéster que corresponden a la y 4100 (producto 4189 y el 4195) respectivamente. Para ello se llevó a cabo un estudio de repetibilidad y reproducibilidad de los datos a fin de determinar la viabilidad en la aplicación de los métodos propuestos para la determinación de sólidos en las resinas anteriormente mencionadas. Por otra parte, durante el período de pasantías (12 semanas) se realizaron diversas actividades ajenas al trabajo planteado, con la finalidad de adquirir conocimientos y destrezas en la manipulación tanto de materias primas como en la aprobación de productos terminados. Así mismo se llevaron otras actividades como visitas planificadas a la planta en conjunto con los supervisores de cada línea de producción (área 1 y área 3) para observar el proceso de fabricación de las resinas en estudio.

Introducción

Resimon, es una empresa Venezolana, filial del grupo Corimon, ubicada en la ciudad de Valencia Estado Carabobo desde el año 1965; la misma nace por la necesidad de fabricar resinas sintéticas y contribuir al crecimiento de la industria nacional. En la actualidad y de acuerdo a las necesidades, la empresa cuenta con la tecnología para fabricar resinas amigables al ambiente. Como líder en la fabricación de resinas y derivados químicos, atiende un amplio mercado nacional en diferentes sectores: Abrasivos, Adhesivos, Agroquímica, Aislantes, Cauchos y Gomas, Frenos, Fundiciones, Madera, Pinturas, Plásticos, Química, Refractarios, Tintas entre otros.

La planta ocupa unos 90.000 m^2 distribuidos en zonas de almacenamiento, producción, servicios y despacho. Así mismo para el control de las diferentes fases de proceso, Resimon cuenta con diferentes laboratorios: Investigación y Desarrollo y Control de Calidad, siendo éste último el área de trabajo donde se desarrollaron las pasantías.

El laboratorio de calidad (LABCO) se encuentra dividido en diversas áreas tales como: Control de Calidad de Materias Primas, de procesos y de Productos Terminados.

En el presente informe se describen detalladamente las actividades realizadas y los diversos planteamientos metodológicos para cumplir satisfactoriamente con el objetivo propuesto de desarrollar una metodología para la obtención de sólidos (no volátiles) rápidos en las resinas butiladas (1500) y de poliéster (4100) con la finalidad de disminuir los tiempos de ajuste y con ello llevar a cabo el proceso de fabricación y elaboración de productos de una formar rápida y eficiente.

CAPÍTULO I:

En este capítulo se expone el planteamiento del problema y los diversos objetivos propuestos para solventar el mismo, así como un detallado marco teórico respecto a las resinas involucradas.

1.1 Planteamiento del problema

Resimon entre sus diversas áreas cuenta con el laboratorio de control de calidad en donde se desarrollan y se llevan a cabo diversos análisis y métodos de ensayo para certificar que los productos terminados se encuentren dentro de especificidad y así mismo para controlar diversas variables y parámetros durante el proceso de fabricación de cada resina.

La determinación del contenido de no volátiles en materiales líquidos es uno de los métodos de ensayos más utilizados e importantes durante el control de procesos (ajuste), para algunas resinas tales como: 1550; 1570 (butiladas – acrílicas) 4189; 4195 (poliéster), el tiempo para ejecutar esta prueba es prolongado lo que genera un gasto adicional. Por tal motivo el proyecto consiste en desarrollar una metodología para la obtención de sólidos (no volátiles) rápidos empleando la balanza de humedad OHAUS MB45, con el objeto de disminuir los tiempos de ajuste (fabricación) de cada producto.

1.2 Objetivo General:

- Desarrollar una metodología para la obtención de sólidos (no volátiles) rápidos para las resinas butiladas y de poliéster, empleando la balanza de humedad OHAUS MB45, con la finalidad de disminuir los tiempos de ajuste (fabricación) de cada producto.

1.3 Objetivos específicos:

- Realizar un estudio de repetibilidad y reproducibilidad a fin de determinar la viabilidad en la aplicación de los métodos propuestos.
- Analizar el contenido de sólidos (no volátiles) de diferentes resinas empleando la balanza de humedad OHAUS MB45 y la técnica de horno.
- Adquirir conocimientos y destrezas en la ejecución de ajustes, aprobación de productos terminados, muestreo y evaluación de materias primas.

1.4 Marco teórico

Resina: La definición más aceptada las califica como productos orgánicos sólidos o semisólidos de origen natural o sintético, con un punto de fusión no definido que al sufrir el proceso de polimerización sufren un entrecruzamiento total tridimensional.

Las resinas se caracterizan por ser cadenas de alto peso molecular y ser termoestables, es decir que no llegan al estado de fluidez al incrementar su temperatura.

Resina acrílicas: Es aquella de fácil utilización, tiempo de endurecimiento corto y contracción despreciable. Es un plástico muy resistente y con cualidades ópticas; termoplásticas y resistentes a los productos químicos. A partir de ella se obtienen el metacrilato así como también la pintura acrílica.

Resina de políester: Es una categoría de polímeros que contiene el grupo funcional éster en su cadena principal son usadas también como matriz para la construcción de equipos, tuberías anticorrosivas y fabricación de pinturas, es una resina termoestable obtenida por polimerización del estireno y otros productos químicos. Se endurece a la temperatura ordinaria y es muy resistente a la humedad, a los productos químicos y a las fuerzas mecánicas.

Determinación del contenido de sólidos: Se determina gravimétricamente pesando la muestra antes y después de la eliminación del solvente por calentamiento a un determinado tiempo y temperatura de acuerdo al tipo de resina.

Balanza de Humedad OHAUS: Es un equipo diseñado para la determinación rápida y automática del contenido de humedad en sólidos o líquidos utilizando una fuente de calor infrarroja. Es programable para varios niveles de temperatura y para distintos periodos de tiempo.

Estudio de repetibilidad y reproducibilidad: La repetibilidad puede ser expresada cuantitativamente en términos de la dispersión característica de los resultados. En la Figura 1 se muestra el concepto de repetibilidad.

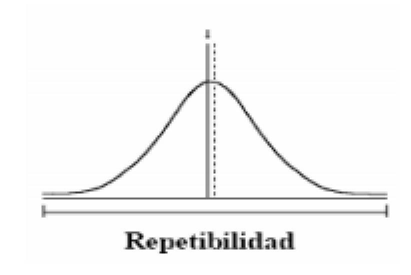


Figura 1. Representación gráfica del concepto de repetibilidad.

Teniendo en cuenta que la reproducibilidad es la proximidad de concordancia entre los resultados de mediciones sucesivas del mismo mensurando bajo condiciones de medición que cambian, ésta se puede expresar en forma cuantitativa, en función de las características de la dispersión de los resultados; en la Figura 2 se observa una representación gráfica del concepto de reproducibilidad.

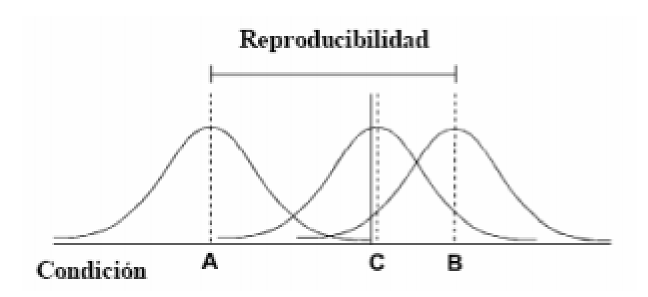


Figura 2. Representación gráfica del concepto de reproducibilidad.

Los métodos para determinar la repetibilidad y la reproducibilidad de las mediciones están basados en la evaluación estadística de las dispersiones de los resultados, ya sea en forma de rango o su representación como varianzas o desviaciones estándar. Los métodos que se utilizan son: Rango, Promedio y Rango, y Anova (análisis de varianza).

Método de promedios y rangos: Este método determina la repetibilidad y la reproducibilidad para un sistema de medición, este método permite descomponer la variabilidad del sistema en dos componentes independientes: la repetibilidad y la reproducibilidad. Este método cuenta con diferentes pasos, los resultados se interpretan de acuerdo a:

- Si %R & R < 10% el sistema de medición es aceptable
- Si 10% ≤ %R & R < 30% el sistema de medición puede ser aceptable según su uso, aplicación, costo del instrumento de medición, costo de reparación.
- Si %R & R > 30% el sistema de medición es considerado como no aceptable y requiere de mejoras en cuanto al operador, equipo, método, condiciones, etc.

CAPITULO II:

En este capítulo se describen las variadas metodologías llevadas a cabo para cumplir con los objetivos propuestos y los resultados obtenidos luego de las diversas experimentaciones.

2.1 Metodología experimental

Para cada resina analizada se cuenta con un método de ensayo, aprobado por el laboratorio, para determinar los no volátiles en materiales líquidos, a continuación se describe cada una de acuerdo a la técnica empleada.

2.1.1 Horno eléctrico

a) Equipos y materiales:

- Balanza Analítica con apreciación de ±0.1mg.
- Jeringa plástica desechable de 5mL.
- Pipeta volumétrica de 2 mL.
- Horno eléctrico con rango de calentamiento entre (0 – 250)°C con apreciación de ±1°C.
- Tinitas de aluminio de 57mm x 12.5 mm x 1mm.
- Desecador.

b) Procedimiento:

- Fijar la temperatura del horno según lo indicado en el apéndice 1.
- Pesar tres tinitas de aluminio utilizando la balanza analítica, anotar cada peso (P1).
- Tarar la balanza y pesar en cada tinita la cantidad de muestra tal como se indica en el apéndice 1 (Pm).
- Añadir la cantidad de diluyente especificado en el apéndice 1.

- Colocar cuidadosamente cada tinita en el horno acondicionado y dejar el tiempo transcurrir el tiempo especificado en el apéndice 1.
- Retirar cuidadosamente cada tinita y colocarlas en el desecador hasta temperatura ambiente.
- Pesar cada tinita contentivo de la muestra residual, utilizando la balanza analítica (P2).

2.1.2 Balanza de Humedad OHAUS Modelo MB45

a) Equipos y materiales:

- Balanza de humedad OHAUS modelo MB45 *(±0,001g)*
- Tinitas de aluminio de 57mm x 12.5 mm x 1mm.
- Jeringa plástica desechable de 5mL

b) Procedimiento:

- Preparar la balanza tal como se establece en el manual de instrucciones del equipo.
- Seleccionar el método de la librería de acuerdo al tipo de resina.
- Colocar la tinita sobre el platillo de la balanza, tararla y luego pesar en ella una pequeña porción de muestra (aproximadamente 1 gramo).
- Cerrar la compuerta de la balanza y pulsar “star” del panel de control.
- Concluido el ensayo, levantar la compuerta y dejar enfriar la balanza; el resultado del análisis se observa en la pantalla del equipo.

2.2 Metodologías propuestas

Durante el desarrollo de las pasantías se plantearon diferentes métodos de ensayo o metodologías para el estudio de las resinas, no solo empleando la balanza de humedad OHAUS sino también el horno eléctrico. Así mismo se analizaron las muestras con los métodos certificados por el laboratorio, tal

como establece la tabla del apéndice 1, a fin de comparar los resultados y analizar los resultados de acuerdo al tratamiento de datos aplicado.

Tabla 1: Métodos de ensayos propuestos para las resinas acrílicas y de poliéster en la técnica de horno de calentamiento.

Producto	Método propuesto
1550 – 1570	1g muestra +2ml Butanol:Xileno (1:1) / 1 h a 120ºC.
4189- 4195	1g muestra/ 30min a 205°C

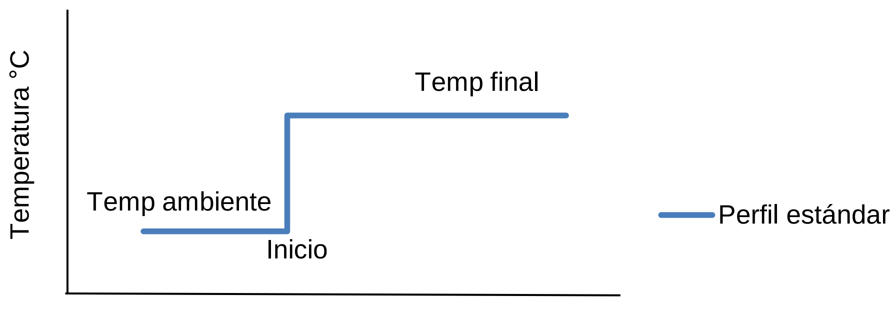
Tabla 2: Métodos de ensayos propuestos para las resinas acrílicas y de poliéster con diferentes perfiles de desecación para la balanza de humedad OHAUS.

Producto	Perfil de desecación
1550 - 1570	Estándar (E) 135°C ; 150 °C
	Calentamiento por paso (CPP) 135°C; 150°C
4189 - 4195	Estándar (E)180°C ; 190°C
	Calentamiento por paso (CCP) 180°C; 190°C

Perfiles de desecación:

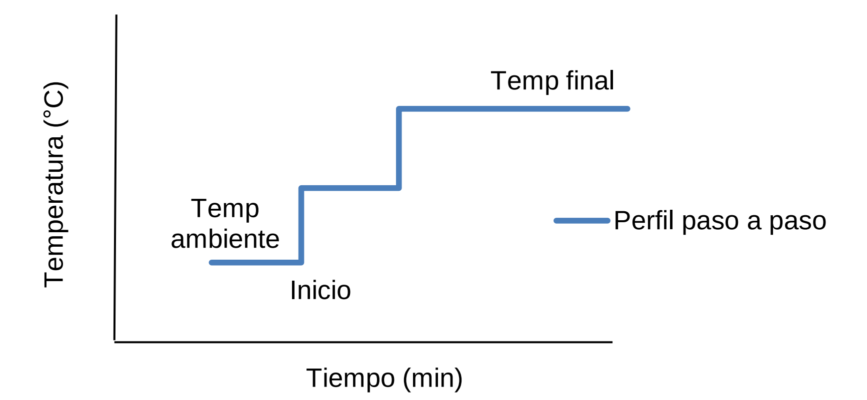
Perfil estándar:





Perfil paso a paso:

Perfil paso a paso



2.3 Resultados

La ecuación para determinar el porcentaje de no volátiles (%NV) en materiales líquidos es:

$$\%NV = \frac{P_2 - P_1}{P_m} \times 100 \text{ (Ec-1), donde:}$$

%NV: Contenido de no volátiles (%).
Pm: Peso de muestra (g).
P_1: Peso de la tinita vacía (g).
P_2: Peso de la tinita más la muestra residual (g).

La Ec-1 aplica para el horno de calentamiento, la balanza de humedad OHAUS refleja directamente en la pantalla el valor correspondiente a los sólidos y el tiempo transcurrido.

De acuerdo a los resultados que se reportan en las tablas 3 - 6 se puede observar que la metodología o método de ensayo propuestos por el pasante para el horno eléctrico es aplicable para la línea 1500 (1550-1570) y para la resina con el código 4189 debido a que existe una buena reproducibilidad entre los resultados de los diferentes analistas con un error ≤ 0,50% en promedio, considerado esto por el laboratorio aceptable puesto que el error máximo aceptado es de 1,5%; para la resina 4195 el error en promedio es de ≤ 1,70%.

Tabla 3: Porcentaje de no volátiles obtenido por los diferentes analistas para el producto 1550 empleando el método de ensayo avalado por el laboratorio y el propuesto por el pasante.

Producto	Analista	Lote	(NV±Δ0,05)% (*)	(NV±Δ0,05)% (**)	Desviación
1550	1	7747	62,30	62,92	0,99
		7901	58,00	58,30	0,51
	2	7747	62,09	62,33	0,39
		7901	57,58	57,61	0,05
	3	7747	62,53	62,92	0,62
		7901	58,25	58,32	0,12

Observaciones: (*) Método empleado por el laboratorio (MEL),
(**)Método propuesto (MP),
Desviación: Obtenida con límite de confianza del 95% entre MEL y MP.

Tabla 4: Porcentaje de no volátiles obtenido por los diferentes analistas para el producto 1570 empleando el método de ensayo avalado por el laboratorio y el propuesto por el pasante.

Producto	Analista	Lote	(NV±Δ0,05)% (*)	(NV±Δ0,05)% (**)	Desviación
1570	1	5910	59,67	59,31	0,60
		6645	58,62	58,77	0,26
	2	5910	60,07	59,87	0,33
		6645	59,20	59,65	0,76
	3	5910	59,85	59,32	0,89
		6645	59,45	59,43	0,03

Observaciones: (*) Método empleado por el laboratorio (MEL),
(**)Método propuesto (MP),
Desviación: Obtenida con límite de confianza del 95% entre MEL y MP.

Tabla 5: Porcentaje de no volátiles obtenido por los diferentes analistas para el producto 4189 empleando el método de ensayo avalado por el laboratorio y el propuesto por el pasante.

Producto	Analista	Lote	(NV±Δ0,05)% (*)	(NV±Δ0,05)% (**)	Desviación
4189	1	7484	61,90	61,31	0,95
		7485	61,60	61,80	0,32
	2	7484	61,93	61,53	0,65
		7485	61,55	61,35	0,33
	3	7484	61,75	61,52	0,37
		7485	61,46	61,35	0,18

Observaciones: (*) Método empleado por el laboratorio (MEL),
(**)Método propuesto (MP),
Desviación: Obtenida con límite de confianza del 95% entre MEL y MP.

Tabla 6: Porcentaje de no volátiles obtenido por los diferentes analistas para el producto 4195 empleando el método de ensayo avalado por el laboratorio y el propuesto por el pasante.

Producto	Analista	Lote	(NV±Δ0,05)% (*)	(NV±Δ0,05)% (**)	Desviación
4195	1	7837	66,02	65,13	1,35
		7940	67,17	66,00	1,74
	2	7837	67,77	66,76	1,50
		7940	67,65	65,89	2,60
	3	7837	66,55	65,54	1,52
		7940	67,00	65,98	1,52

Observaciones: (*) Método empleado por el laboratorio (MEL),
(**)Método propuesto (MP),
Desviación: Obtenida con límite de confianza del 95% entre MEL y MP.

De acuerdo a estos resultados se realizó el estudio de los datos se obtuvieron los diferentes porcentajes de repetibilidad y reproducibilidad que demuestran que cada uno de los métodos planteados son aceptables, interpretando los resultados de acuerdo a lo expuesto en el marco teórico.




Tabla 7: Reporte de los porcentajes de reproducibilidad y repetibilidad de las mediciones entre los analistas así como la relación entre ambos factores determinados para la técnica de horno de calentamiento.

Producto	% Reproducibilidad	% Repetibilidad	% R&R
1550	0,45	1,76	1,81
1570	0,56	1,19	1,31
4189	0,49	1,50	1,57

Por otra parte para la balanza de humedad OHAUS no se logró obtener una metodología cuyos resultados fueran reproducibles y que el margen de error entre el valor real y el resultado obtenido con los diferentes perfiles de desecación fuera menor al 5%, dichos resultados se exponen en las tablas 8 y 9.

Tabla 8: Reporte del porcentaje de no volátiles obtenidos con la balanza de humedad a diferentes condiciones de trabajo para las resinas 1550 y 1570.

Producto	Lote	135°C (E)	150°C (E)	135°C (CPP)	150°C (CPP)
1550	7747	69,56	65,38	64,71	65,10
	7901	68,32	65,24	65,33	65,95
1570	6645	68,16	64,58	64,45	65,25
	5910	68,25	65,03	65,12	64,65

Observaciones: Se reportan los promedios de las mediciones, por cada perfil de desecación (E y CPP) se realizaron 3 repeticiones.

Tabla 9: Reporte del porcentaje de no volátiles obtenidos con la balanza de humedad a diferentes condiciones de trabajo para las resinas 4189 y 4195.

Producto	Lote	180°C (E)	190°C (E)	180°C (CPP)	190°C (CPP)
4189	7484	63,24	63,36	62,88	62,82
	7485	63,58	62,80	62,41	62,32
4195	7940	68,56	67,87	68,56	68,08
	7837	68,17	68,20	68,01	67,20

Observaciones: Se reportan los promedios de las mediciones, por cada perfil de desecación (E y CPP) se realizaron 3 repeticiones.

2.4 Conclusiones y recomendaciones

- No se logró cumplir con el objetivo propuesto de disminuir los tiempos de ajuste empleando la balanza de humedad OHAUS para ninguna resina; sin embargo se propusieron algunos cambios en las metodologías empleadas por el laboratorio para la determinación de sólidos en materiales líquidos (horno eléctrico), obteniendo con ello resultados satisfactorios en la mayoría de los casos.

- Se obtuvieron resultados reproducibles entre los diferentes analistas aplicando el nuevo método para la determinación de sólidos en el horno paras las resinas 1550, 1570 con desviaciones no mayores a 1% disminuyendo en un total de 2 horas el tiempo de ajuste para cada producto.

- La metodología planteada para la resina 4195 se considera que no es aplicable debido a que la desviación entre el valor real y la media es mayor a 1,5% por lo que el resultado no es confiable en su totalidad; por otra parte las condiciones de trabajo planteadas para ambas resinas de

la línea 4100 son “extremas” debido a las altas temperaturas, por lo que se podría considerar mantener el mismo método de ensayo empleado por el laboratorio para la resina 4189.

- Se recomienda realizar los análisis por triplicado y siguiendo los parámetros y pasos a cabalidad, (condiciones ambientales, precisión en pesada y descarga de solventes, entre otros) con el fin de obtener resultados reproducibles y confiables.

Apéndice - Figuras

Apéndice 1: Tiempo y temperatura de horneo así como cantidad de muestra y diluyente necesaria para llevar a cabo la determinación del contenido de no volátiles en materiales líquidos.

Producto / línea	Tiempo de horneo (min)	Temperatura (T±1)ºC	Peso de muestra (m±0,1)mg	Diluyente	Cantidad de diluyente (ml)
1500	180	105	1	Butanol	2
4100	60	150	1	-	-

Figura 3: Horno de calentamiento empleado para la determinación de sólidos de las diferentes resinas.



Figura 3.

Figura 4: Balanza de Humedad OHAUS modelo MB45 empleado para la determinación de sólidos en las diferentes resinas.





Figura 4.

Bibliografía

1-. Llamosa Luis Enrique. "Estudio de repetibilidad y reproducibilidad utilizando el método de promedios y rangos para el aseguramiento de la calidad de los resultados de calibración de acuerdo con la norma de técnica NTCISO/IEC 17025". Colombia, Agosto 2007.